Comprehensive フローモジュレーション 2 次元ガスクロマトグラフィーシステム

アプリケーション

Roger L. Firor

ガスクロマトグラフィーの比較的新しい技術である 2 次元 GC (GC x GC) は、複雑な混合物の分析に対して卓越した分離能力を示すことが認められつつあります。この方法では、通常、極性の非常に異なる 2 本のキャピラリカラムを直列に接続して使用します。フローモジュレータと呼ばれるれるデバイスは 2 本のカラムの間に構成され、3 ポートソレノイドバルブを通じて Agilent 7890A ガスクロマトグラフの Aux プログラマブルコントロールモジュール (PCM) と接続されます。フローモジュレータで、1 次元目のカラムから溶出した分析対象成分バンドが一定容量のコレクションチャンネルにコレクティングされ、2 次元目の短いカラムへ非常に短いバンド幅になるように、瞬時に導入 (フラッシング) されます [1]。2 次元目のカラムへ分析対象成分が導入されている間も、1 番目のカラムからの溶出は絶えず行われています。要約すると、GC x GC はピーク分離能力およびピークキャパシティを飛躍的に増大することができます。

このシステムで使用される比類のないフローモジュレータは Agilent のキャピラリフローテクノロジーハードウェアに基づいており、フォーカシングに冷媒を使用する必要がありません。フローモジュレータは、スプリッタとコレクションチャンネルがすべて内蔵された平面構造のデバイスから構成されています。外部配管接続はすべて、デッドボリュームをゼロにすることが可能なプレートに内蔵された Agilent CPM フィッティング (究極のフィッティング技術) にリークフリーのシールを通じて接続されます。3 ポートソレノイドバルブは GC オーブンの上に設置され、PCM モジュールに接続されます。検討した実験条件は以下のとおりです。

実験

GC:	Agilent 7890A、FID、データ取込速度 200 Hz、スプリット/スプリットレス注入口
キャリア:	水素
カラム 1:	30 m x 0.25 mm x 0.25 µm HP-5ms、19091S-433
カラム 1 圧力:	21.5 psig @ 50 ℃、コンスタントフローモード
カラム 2:	5 m x 0.25 mm x 0.15 µm HP-INNOWax
カラム 2 流量:	20 mL/min、コンスタントフローモード
オーブンプログラム:	50 ℃ (1.0 min) → 8 ℃/min→ 260 ℃ (4 min)
モジュレートサイクルタイム:	1.4 秒コレクティング、0.12 秒フラッシング (一般的)
GC x GC 分析ソフトウェア:	GC Image[2]

フローモジュレータの流路図を図 1 に示します。クロマトグラフ分析中に、2 次元目のカラムで分離ができるよう、コレクティング状態とフラッシング状態のサイクルタイムを正確に決め、同期して周期的に切り換えることにより、サンプルパルスは 2 次元目のカラムに連続的に導かれます。

ハイライト

- フローモジュレータは、通常の Comprehensive GC x GC のサーマルモジュレータで必須となる冷媒を全く必要としないことを実現可能にした代替手法を提供いたします。
- セットアップおよび操作の簡素化が可能になるように、モジュレーション、タイミング (コレクティングとフラッシング)、同期がすべて 7890A GC システムに統合されています。
- キャピラリフローテクノロジーハードウェアに組み込まれた小数点以下 3 桁 (psig) までの圧力を設定可能な Agilent の第 5 世代エレクトロニックニューマティックコントロール (EPC) により、使いやすい GC x GC システムの基礎を提供いたします。

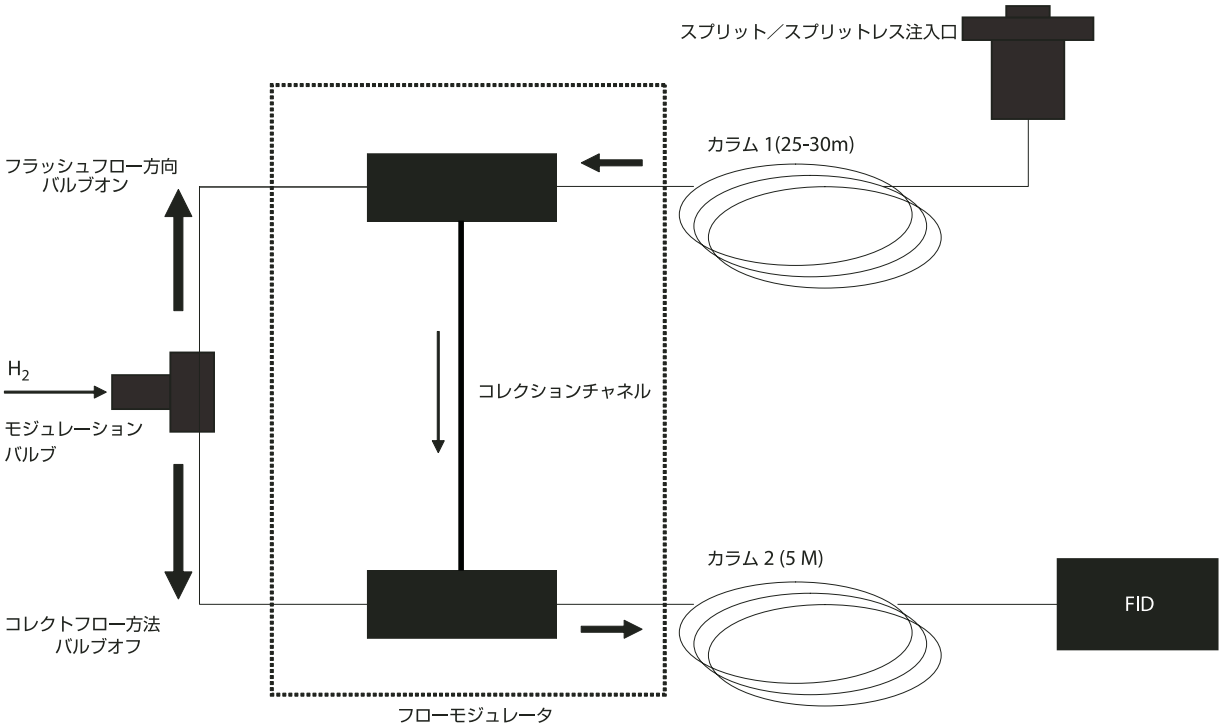

図 1　　フローモジュレータデザイン - 差圧式フローシステム

考察

図 2a と 2b に、単一成分の分析対象成分のモジュレートされていないピークおよびモジュレートされたピークをそれぞれ示します。この例では、n- ブチルベンゼンが 1 次元目のカラムでのピークの全域で約 3 回モジュレートされていることが分かります。理想的には、モジュレートされたピークの面積がモジュレートされていないピークの面積と等しくなるはずです。言い換えれば、2 番目のカラムへ導入された成分は損失されないはずです。本検討では、面積の一致度は 3% 以内になりました。モジュレートされたブチルベンゼンのピーク半値幅は約 100 ms です。この方法に必要とされる非常に幅の狭いピークは、サーマルモジュレーションシステムで測定されるピーク幅とほぼ同じ

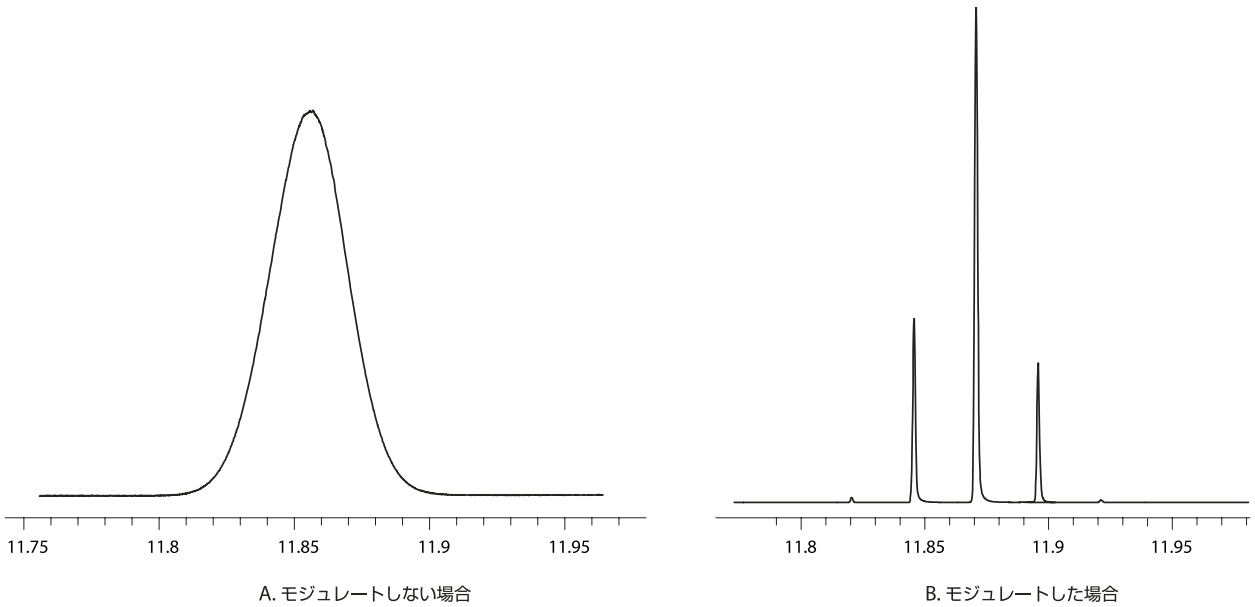

図 2　　モジュレートした、およびモジュレートしていない n- ブチルベンゼンのクロマトグラム (同一尺度ではない)

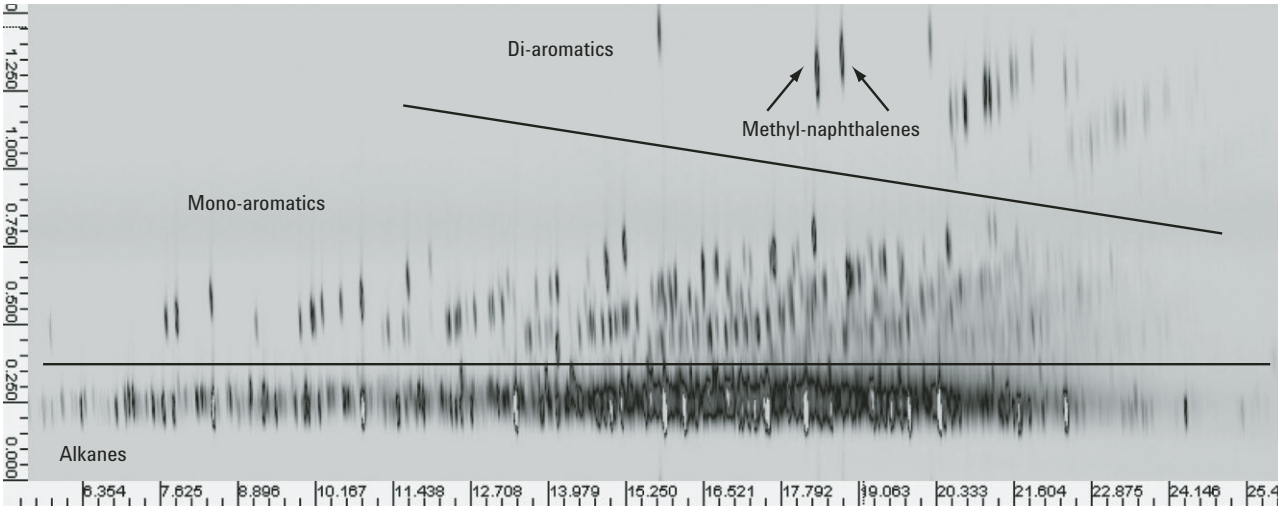

図 3　　No.2 灯油の分析例 2D 画像

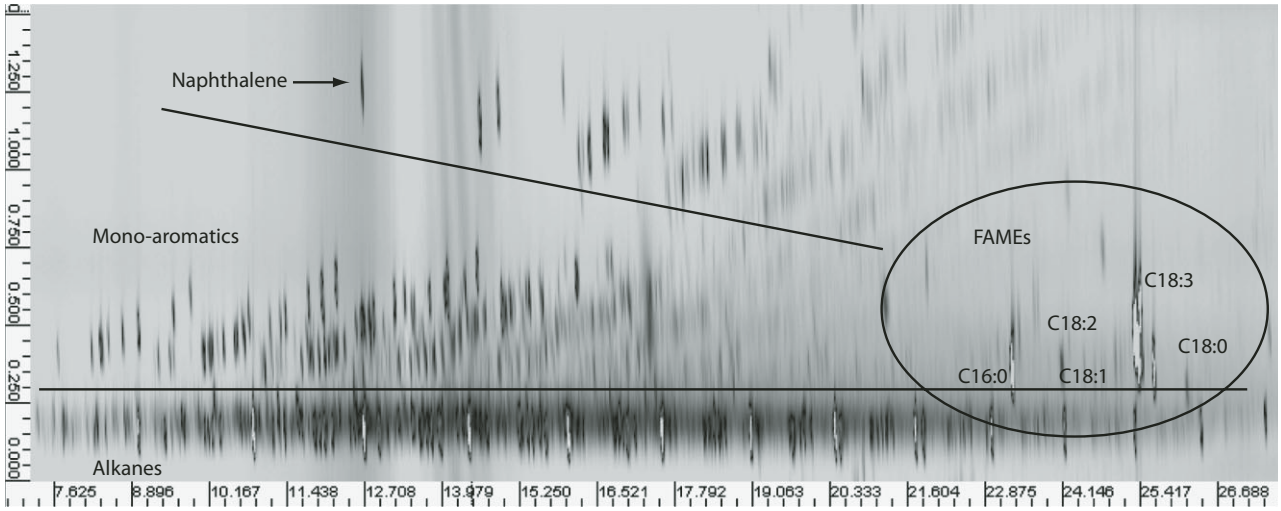

図 4　　B20 大豆ベースバイオディーゼル (20% メチルエステル、80% 石油系軽油)

であることが分かりました。フローモジュレーションは、フォーカシングに大量の冷媒流体を必要とするサーマルモジュレーションと異なり、冷媒を必要としない優れた長所を持ちます。

無極性カラムとその後に極性カラムを組み合すことで、以下の順序で炭化水素類はタイプ別に保持されます。アルカン、環状アルカン、オレフィン、単環芳香族、多環芳香族。No.2 灯油の 2D 画像の分析例を図 3 に示します。 このフローモジュレーションシステムでは芳香族炭化水素に対して良好な分離を示し、化学的構造の分類が明確に分かります。別の例として、B20 大豆ベースバイオディーゼル (20% メチルエステル、80% 石油系軽油) を図 4 に示します。ここでは C16 および C18 脂肪酸メチルエステルが確認できます。 本検討では GC Image ソフトウエアを用いて、すべてのサンプルのデータ解析を行いました [2]。

参考文献

1. Pedro A. Bueno Jr., John V. Seeley, “Flow-switching device for comprehensive two-dimensional gas chromatography,” *Journal of Chromatography A*, 1027 (2004) 3-10.
2. Zoex Corporation, 5010 Sea Oak Court, Pasadena, TX 77505, and GC Image, LLC, PO Box 57403, Lincoln, NE 68505.

詳細情報

弊社製品とサービスについて更に詳しい情報をご希望のお客様は
弊社 Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

Agilent は、万一この資料に誤りが発見されたとしても、また、本資料の使用により付随的または間接的に損害が発生する事態が発生したとしても一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
January 17, 2007
5989-6078JAJP

Agilent Technologies